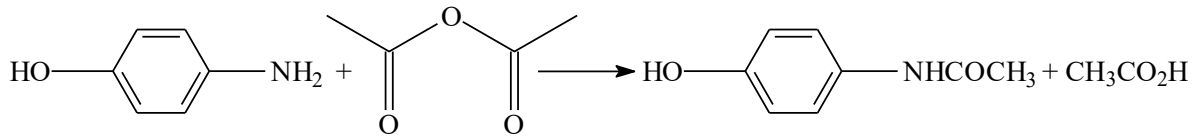


Correction du TP S2PC.2 : synthèse du paracétamol



Synthèse

Paraaminophénol :

$$m = 5,40 \text{ g}$$

$$\Rightarrow n = \frac{m}{M} = \frac{5,40}{109,12} = 4,95 \cdot 10^{-2} \text{ mol (en défaut)}$$

Anhydride éthanoïque :

$$V = 8 \text{ mL} \Rightarrow m' = dV = 8,64 \text{ g}$$

$$\Rightarrow n' = \frac{m'}{M'} = \frac{8,64}{102,09} = 8,46 \cdot 10^{-2} \text{ mol (en excès)}$$

Paracétamol :

$$m_{\text{PC}} = 4,84 \text{ g}$$

$$\Rightarrow n_{\text{PC}} = \frac{m_{\text{PC}}}{M_{\text{PC}}} = \frac{4,84}{151,16} = 3,20 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

Rendement :

$$\Rightarrow r = \frac{n_{\text{PC}}}{n} = \frac{3,20}{4,95} = 64,7\% \approx 65\%$$

Questions :

On utilise de l'eau froide pour le rinçage :

- pour éliminer les impuretés de la surface du solide ;
- il faut qu'elle soit froide pour ne pas dissoudre le paracétamol.

Principe de la recristallisation ; on joue :

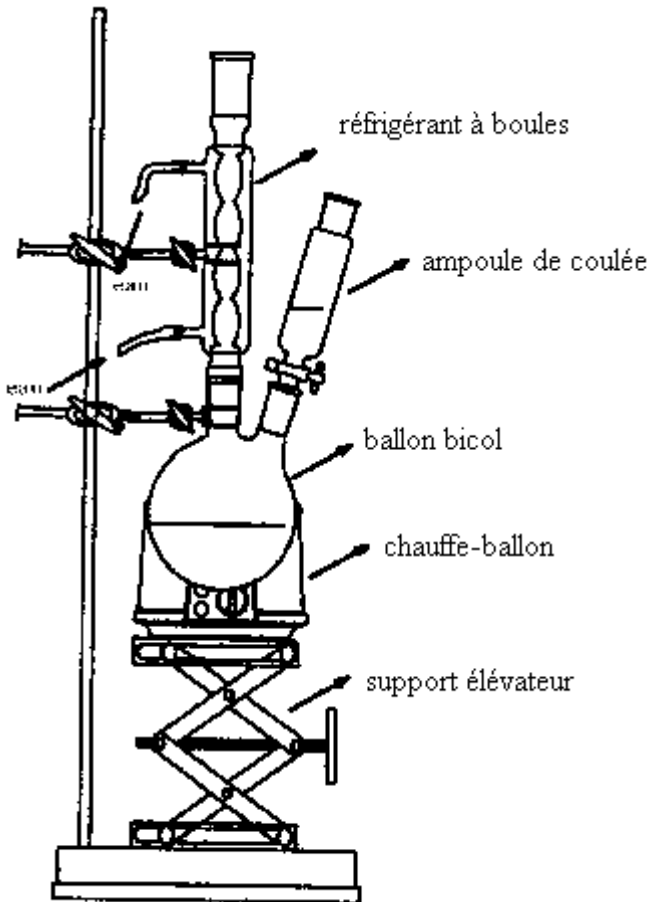
- sur la différence de solubilité du produit à purifier à chaud et à froid ;
- sur la solubilité totale des impuretés à toutes températures dans le solvant utilisé ;

En pratique :

- on effectue la dissolution à chaud dans un volume minimal de solvant à la limite de sa température d'ébullition pour séparer le produit et les impuretés ;
- on refroidit la solution à la limite de sa température de fusion pour recristalliser le produit et laisser les impuretés dans la solution.

Il faut utiliser un minimum de solvant, car la solubilité à froid du paracétamol dans l'eau n'est pas nulle et donc il y a des pertes lors de la phase de purification par recristallisation qui est proportionnel au volume de solvant utilisé.

$T_{\text{fus}} = 169 \text{ }^\circ\text{C}$ mesurée au banc Köfler.



Principe de la chromatographie sur couche mince CCM :

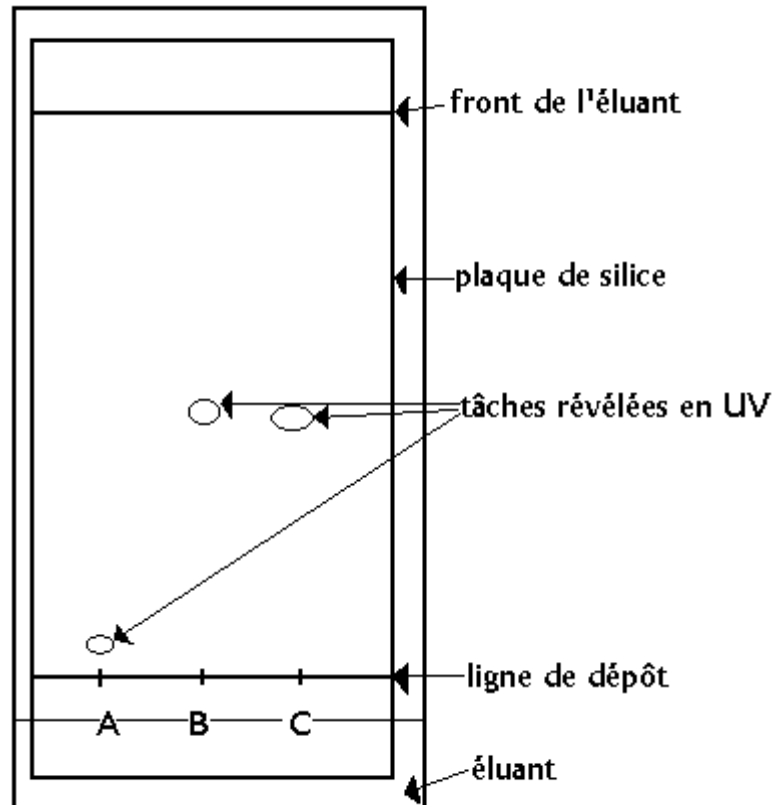
On effectue une séparation des différents produits en jouant sur la différence de leur affinité relative vis-à-vis de deux phases :

- une phase fixe ou stationnaire = dépôt de silice solide poreux sur plaque d'aluminium ;
- une phase mobile = éluant = mélange de solvant qui permet d'entraîner les substances à séparer.

En pratique :

- on prépare une plaque de CCM, en effectuant des dépôts de chaque substance sur la plaque de silice, chacun à un point particulier de la ligne de dépôt ;
- on place la plaque dans la cuve de CCM qui contient l'éluant et on laisse ce dernier migrer sur la silice poreuse par capillarité en entraînant les produits déposés au préalable ;
- lorsque l'éluant est proche de la partie supérieure de la plaque on enlève la plaque de CCM et on repère le front de l'éluant ;
- grâce à une lampe UV on repère la position des produits sur la plaque CCM, on en déduit les hauteurs de migration de chacune des substances par rapport à la ligne de dépôt et on calcule leur rapport

$$\text{frontal} = R_f = \frac{h_i}{h_{\text{éluant}}}$$



On en déduit soit par référence à des R_f connus soit par comparaison entre les substances étudiées les ressemblances possibles.

Pour notre synthèse :

$$R_f (A = \text{paraaminophénol}) = 0,02$$

$$R_f (B = \text{produit synthétisé}) = R_f (C = \text{paracétamol de doliprane}) = 0,45$$

On en déduit que la synthèse a bien donné du paracétamol et vu qu'il n'y a pas d'autres tâches que celui-ci semble pur.

Principe théorique :

- la différence de R_f est fonction de l'affinité relative des produits entre la silice et l'éluant ;
- elle dépend des interactions avec la phase fixe et de la solubilité dans la phase mobile ;
- on peut utiliser une constante d'équilibre : constante de partage = $K_i^{\circ} = \frac{(A_i)_{\text{solvaté}}}{(A_i)_s}$;
- si K_i° est grand \Rightarrow la substance A_i est plus souvent dans la phase mobile \Rightarrow elle migre plus facilement à la surface de la silice \Rightarrow le R_f est grand ;
- si K_i° est petit \Rightarrow la substance A_i est plus souvent dans la phase fixe \Rightarrow elle ne migre quasiment pas à la surface de la silice \Rightarrow le R_f est petit.